

①⑨ 日本国特許庁 (JP)

① 特許出願公開

①② 公開特許公報 (A)

昭57—62518

⑤ Int. Cl.³
H 01 F 41/18

識別記号

庁内整理番号
7303—5E

④ 公開 昭和57年(1982)4月15日

発明の数 1
審査請求 未請求

(全 4 頁)

⑤ 酸化物磁性薄膜の製造方法

東京都港区芝五丁目33番1号日
本電気株式会社内

② 特 願 昭55—138025

① 出 願 人 日本電気株式会社

② 出 願 昭55(1980)10月2日

東京都港区芝5丁目33番1号

⑦ 発 明 者 田上勝通

④ 代 理 人 弁理士 内原晋

明 細 書

1. 発明の名称 酸化物磁性薄膜の製造方法

2. 特許請求の範囲

マグネタイトまたは添加物を含むマグネタイトをターゲットとし、中性または酸化性雰囲気中において、スパッタリングすることによりマグネタイトまたは添加物を含むマグネタイトを主成分とする強磁性薄膜を基板上に直接形成する方法において、前記ターゲットを冷却されたスパッタ電極に良熱伝導状態に接着することを特徴とする酸化物磁性薄膜の製造方法。

3. 発明の詳細な説明

本発明は磁気ディスク装置等において記録媒体として用いられる酸化物磁性薄膜の製造方法に関する。

磁気記録装置における記録密度の向上は斯界の変わらぬ趨勢であり、これを実現する為には

磁気記録媒体の薄層化、薄膜化が不可欠である。

従来、磁気記録媒体としては、酸化鉄微粒子とバインダーの混合物を基板上に塗布したいわゆるコーティング媒体が広く用いられている。しかしコーティング媒体においては、厚さが数千Å以下でしかも均一な記録再生特性を実現することはきわめて困難である。

そこでコーティング媒体にかわる高性能磁気記録媒体として、薄膜化が容易な連続薄膜媒体が注目されている。連続薄膜媒体としては即ち金属めっき膜が検討されてきたが、近年になって酸化物磁性薄膜が注目を集めている。その理由は、(1)残留磁束が小さい、(2)機械的強度と化学的安定性に富み金属薄膜に必要とされる保護膜を必要とせずその結果、(3)特に高密度記録に大きな影響を及ぼす磁気ヘッド—媒体間隔がより小さく出来、高密度記録と低価格に適していることによる。

酸化物磁性薄膜としては、その形成が容易であることから酸化鉄薄膜が専ら用いられるが、その製造方法としては反応スパッタリングもしくは選

元法のスパッタリング法が知られている。スパッタリング法は、媒体と基板との密着性がよく強固な薄膜を形成でき、また連続生産に適しているなどの利点があり、優れた方法である。

しかしながら、これまで知られているスパッタリング法による酸化鉄薄膜の形成方法には種々の難点がある。

例えば、反応スパッタリング法の一つである「直接法」と称してFeをターゲットとしてマグネタイト(Fe_3O_4)膜を直接形成する方法では、鉄をターゲットとして予備スパッタリング及び本スパッタリングの2段階にわたって $1 \sim 2 \times 10^{-3} \text{Torr}$ $3 \sim 6 \times 10^{-3} \text{Torr}$ という狭い範囲の酸素分圧の制御を必要とする上に、基板温度が低いと製造マージンが一層狭くなる問題がある。

また「間接法」と称される他の反応スパッタリング法においては 10^{-2}Torr 程度の酸素を含むアルゴンガス雰囲気中で鉄をターゲットとしてスパッタリングし、基板上に非磁性の $\alpha\text{-Fe}_2\text{O}_3$ 薄膜を付着させた後これを H_2 中で還元処理して Fe_3O_4 と

するが、処理工程が多くなる欠点があった。

さらにもう一つの反応スパッタリング法では、 $\alpha\text{-Fe}_2\text{O}_3$ をターゲットとし水素を含む還元性雰囲気中でスパッタリングし基板上に Fe_3O_4 を作るものであるが、これもスパッタリング条件の微妙な制御が必要である。

また、還元法と称されるスパッタリング法では $\alpha\text{-Fe}_2\text{O}_3$ をターゲットとしてスパッタリングにより基板上に $\alpha\text{-Fe}_2\text{O}_3$ 膜を形成し、これを還元して Fe_3O_4 膜にする方法を用いるため上記「間接法」と同じ難点がある。

このようにこれまで行なわれているスパッタリング法ではいずれもFeまたは $\alpha\text{-Fe}_2\text{O}_3$ をターゲットにするためスパッタリング条件の微妙な制御あるいは還元工程のような面倒な工程を必要とする難点がある。

そこで、 Fe_3O_4 をターゲットとしてスパッタリングすることにより Fe_3O_4 を主成分とする強磁性酸化鉄薄膜を直接基板上に形成する方法が提案されている(特開昭51-82000号公報参照)。

この方法は基板温度が低くてよく、雰囲気制御の幅が広い利点がある。本発明者は、この方法において量産時に不可欠の要素である再現性の観点から、予備スパッタリング後、一旦スパッタリングを中止し、ターゲットを酸素分圧 $1 \times 10^{-6} \text{Torr}$ 以下の雰囲気中にさらしてから本スパッタリングを行なうことにより再現性を向上させたが、作業工程が増える問題があった。またスパッタリングの付着速度を上げるため、パワーを増大させると、上記に述べた工程を行なっても往々にして $\alpha\text{-Fe}_2\text{O}_3$ 寄りの膜が形成される問題があった。

本発明はかかる問題を解決せんとするもので、その目的とするところは Fe_3O_4 をターゲットとして Fe_3O_4 を主成分とする膜を直接形成するスパッタリング法において、作業工程を増やさず、かつ速い付着速度においても再現性よく膜を形成させる方法を提供することにある。

本発明は、 Fe_3O_4 又は添加物を含む Fe_3O_4 をターゲットとし、中性又は酸化性雰囲気中においてスパッタリングすることにより Fe_3O_4 又は添加物

を含む Fe_3O_4 を主成分とする強磁性薄膜を形成する方法において、前記ターゲットを冷却されたスパッタ電極に良熱伝導状態に接着することを特徴とする。

ここで本発明者が本発明に至った経緯について述べる。本発明者は、先に予備スパッタリング後にスパッタリングを停止し、一旦ターゲットを高真空中にさらすことによって再現性のよい膜を形成が出来たが、スパッタ電力を増大させると Fe_3O_4 から抵抗値の高い $\alpha\text{-Fe}_2\text{O}_3$ 寄りの膜が形成される傾向にあった。

こうした現象は同じく酸化物である Al_2O_3 、 SiO_2 にも生じると考えられるが、 Al_2O_3 、 SiO_2 ではたとえ酸素過剰または不足の現象が起きたとしても膜としてまだ使用に供する。しかし Fe_3O_4 の場合には、一旦膜が $\alpha\text{-Fe}_2\text{O}_3$ 寄りまたは $\alpha\text{-Fe}_2\text{O}_3$ の状態になるとその後の大気中熱処理によって磁気ディスクの最終生成物である $\gamma\text{-Fe}_2\text{O}_3$ にすることが出来ず使用出来なかった。

そこで本発明者は、ターゲットの冷却効率を増

大させるために Fe_3O_4 ターゲットをスパッタ電極に直接良熱伝導状態に接着したところ Fe_3O_4 を再現性よく、かつ高スパッタ電力値まで Fe_3O_4 の生成を可能にすることを見出し、本発明をなすに至ったものである。

良熱伝導状態に接着する一方法は、それ自体良熱伝導率を有する接着体を用いることである。そのような良熱伝導率接着体として半田の一種で酸化物を低融点(123°C)で接着することが出来るセラソルザ(商標:アサヒガラス(株)製)、広く一般に用いられている鉛半田、インジウム半田または銀ろうがある。また、上記金属系の良熱伝導率接着体の他に酸化物と金属を接着出来るアロンセラミック(商標:東亜合成化学(株)製)、低融点ガラスを用いても良熱伝導状態を作ることができる。

これらの接着体は熱伝導率が金属系のものよりも小さいが、スパッタ電極とターゲットの接着層を薄くすることによって十分冷却効果を高めることができる。さらに導電性樹脂材料であるドータイト(商標:藤倉化成(株)製)を用いることもでき

る。以下具体的な実施例を挙げて本発明の意義を説明する。

実施例 1.

一般に市販されているスパッタ装置を使用し、ターゲットの Fe_3O_4 焼結体をセラソルザを用いてスパッタ電極へ接着、固定させた場合、予備スパッタリング後一旦スパッタを停止してターゲットを高真空へさらすことなく、すなわち予備スパッタリング後そのまま本スパッタリングを続けても Fe_3O_4 膜が再現性よく形成することが出来た。

一方、セラソルザを用いず単にターゲットを電極板においた場合、あるいはネジ止めないし外周をリングで固定した場合にはスパッタ電力がおよそ 300 W (ターゲット直径 8 cm) より大きいときに、膜の抵抗値が増大するということが見られた。

セラソルザで固定することによってスパッタ電力の制限がなくなり大きな膜形成速度を得ることができた。

実施例 2.

スパッタ装置に市販のマグネトロン製高速スパッタ装置を用いる以外は実施例 1 と同様にして、セラソルザによってターゲットをスパッタ電極に固定し、予備スパッタ後、引き続き本スパッタリングを行なった結果、図に示す如く高スパッタ電力まで安定にスパッタ出来、かつ従来型スパッタ装置を用いたときの 3~4 倍の付着速度を得ることが出来た。図中×印は第 2 回目のスパッタリングの結果を示すもので、第 1 回目(○印)のスパッタリングと同様の条件で任意に順序を変えてスパッタリングしたときの値であるが、膜のバラツキは数パーセント以内で再現性良く膜が形成されている。

実施例 3.

ターゲットの片面に銅をスパッタし、通常用いられている鉛半田でスパッタ電極と銅をスパッタしたターゲット面を接着し、実施例 2 の如くマグネトロン型高速スパッタ装置を用いてスパッタリ

ングを行なったところ、実施例 2 と同様に高スパッタ電力値まで再現性よく膜が形成された。

実施例 4.

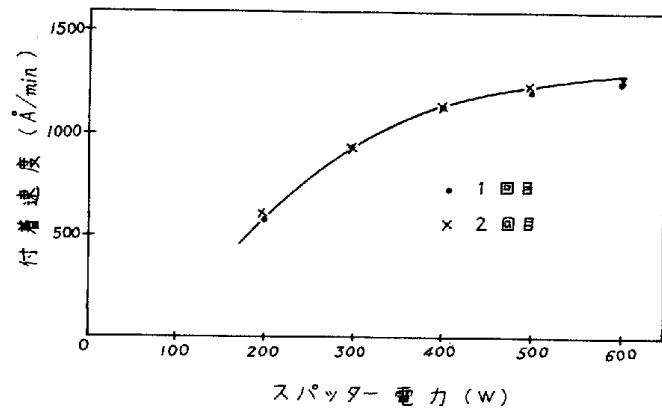
ターゲットをアロンセラミックの極く薄い層でスパッタ電極と接着してスパッタリングを行なった結果、単にターゲットをスパッタ電極へ接触させて固定したときよりも大きなスパッタ電力までマグネタイト膜が形成された。

なお、良熱伝導状態の接着を保つ実施例としてセラソルザ、鉛半田、アロンセラミックを用いた例を挙げて説明したが、ターゲットの冷却効果を高める上で同じ機能を果たす他の接着体も全く同様に用いることができる。

以上説明したように、本発明によってターゲットを冷却されたスパッタ電極に良熱伝導状態に接着して固定することにより、従来の方法に比して再現性よく、また高スパッタ電力すなわち大きなスパッタレイトを得ることができ高い製造効率と歩留りで高密度記録用媒体を容易に形成出来る。

4. 図面の簡単な説明

図は、本発明による方法においてスパッタ装置に市販のマグネトロン型スパッタ装置を用いたときのスパッタ電力と付着速度の関係を示すものである。



PAT-NO: JP357062518A
DOCUMENT-IDENTIFIER: JP 57062518 A
TITLE: MANUFACTURE OF OXIDE
MAGNETIC THIN-FILM
PUBN-DATE: April 15, 1982

INVENTOR-INFORMATION:

NAME	COUNTRY
TAGAMI, MASAMICHI	

ASSIGNEE-INFORMATION:

NAME	COUNTRY
NEC CORP	N/A

APPL-NO: JP55138025
APPL-DATE: October 2, 1980

INT-CL (IPC): H01F041/18

US-CL-CURRENT: 29/592.1

ABSTRACT:

PURPOSE: To improve the efficiency of manufacture in excellent reproducibility by a method wherein magnetite or magnetite containing additives is used as a target, and the target is bonded to a sputter electrode cooled under an excellent thermal conduction condition and sputtered.

CONSTITUTION: When magnetite or magnetite containing the additives is used as the target, and sputtered in a neutral or oxidizing atmosphere, and the ferromagnetic thin-film, the principal ingredient thereof is magnetite, is directly formed on a substrate, the target is bonded directly on the sputter electrode under the excellent thermal conductive condition. This bonding method employs a material, which is one kind of solder as an adhesive body having excellent thermal conductivity and can bond an oxide at the low melting point, lead solder generally used, indium solder or silver solder or the like. Accordingly, reproducibility is improved, high sputtering power, large sputtering rate, can be obtained, and the oxide magnetic thin-film can easily be formed in the high efficiency of manufacture and high yield.

COPYRIGHT: (C)1982,JPO&Japio